



中华人民共和国国家标准

GB 23200.22—2016

食品安全国家标准 坚果及坚果制品中抑芽丹残留量的测定 液相色谱法

National food safety standards—
Determination of maleic hydrazide residue in nuts and nut products—
Liquid chromatography

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施



中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中 华 人 民 共 和 国 农 业 部 发 布
国家食品药品监督管理总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 0647—2013《出口坚果及坚果制品中抑芽丹残留量的测定 高效液相色谱法》。与 SN/T 0647—2013 相比,主要变化如下:

- 标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式;
- 标准名称中“进出口坚果及坚果制品”改为“坚果及坚果制品”。
- 标准范围中增加“其他食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 0647—1997、SN/T 0647—2013。

食品安全国家标准

坚果及坚果制品中抑芽丹残留量的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了坚果及坚果制品中抑芽丹残留量检测的制样和液相色谱检测方法。
本标准适用于核桃及制品、板栗及制品中抑芽丹残留量的测定,其他食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用正己烷脱脂,甲醇提取, C_{18} 柱净化,高效液相色谱—紫外检测器测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

4.1.2 正己烷(C_6H_{14}):色谱纯。

4.1.3 乙酸铵(CH_3COONH_4)。

4.1.4 氢氧化钠($NaOH$)。

4.2 溶液配制

4.2.1 乙酸铵溶液(0.02 mol/L):称取 1.54 g 乙酸铵,加水定容至 1 000 mL,摇匀备用。

4.2.2 氢氧化钠溶液(0.01 mol/L):称取 0.40 g 氢氧化钠,加水定容至 1 000 mL,摇匀备用。

4.3 标准品

抑芽丹标准物质:Maleic hydrazide, $C_4H_4N_2O_2$,CAS 号:123-33-1,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 抑芽丹标准储备溶液:准确称取适量抑芽丹标准物质,用氢氧化钠溶液配制成 1 mg/mL 的标准储备溶液,标准溶液避光于 0℃~4℃保存,保存期为 6 个月。

4.4.2 抑芽丹标准工作溶液:根据检测要求,分别吸取上述标准储备溶液于容量瓶中,用氢氧化钠溶液稀释到刻度配制成适当质量浓度的标准工作溶液,标准工作溶液避光于 0℃~4℃保存,保存期为 1 个月。

4.5 材料

C_{18} 固相萃取柱:3 mL/500 mg,或相当者。依次用 4 mL 甲醇和 4 mL 氢氧化钠溶液活化后备用。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪,配紫外或二极管阵列检测器。

- 5.2 电子天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 5.3 旋转蒸发仪。
- 5.4 均质机:转速不低于 10 000 r/min。
- 5.5 离心机:转速不低于 6 000 r/min。
- 5.6 涡旋振荡器。
- 5.7 样品粉碎机。
- 5.8 筛子:2.0 mm 圆孔筛。
- 5.9 分样板。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

将原始样品的可食部分缩分出约 500 g,取样部位按 GB 2763 的规定执行,用样品粉碎机粉碎成可通过 20 mm 圆孔筛的颗粒。充分混匀,制备好的试样均分成 2 份,装入洁净的盛样容器内,密封并标明标记。

6.2 试样保存

将试样于-5℃以下避光保存。

在制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 去脂肪

称取 2.5 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中,加 5 mL 水,涡旋混匀后浸泡 30 min,加 20 mL 正己烷均质 1 min,6 000 r/min 离心 5 min,弃去正己烷层;加 20 mL 正己烷按上述步骤重新脱脂一次,弃去正己烷层。

7.2 提取

向离心管中加 20 mL 甲醇,均质 1 min,6 000 r/min 离心 5 min,将甲醇层小心取出过滤到 100 mL 鸡心瓶中;残留物用 20 mL 甲醇重复提取一次,合并提取液于同一鸡心瓶中;40℃ 旋转蒸发至约 8 mL,用氮气吹至约 2 mL,加 3 mL 氢氧化钠溶液混匀待净化。

7.3 净化

将上述混匀的溶液全部过 C₁₈ 小柱,用 4 mL 氢氧化钠溶液洗脱并定容至 10 mL,供高效液相色谱测定。

7.4 测定

7.4.1 高效液相色谱参考条件

- a) 波长:330 nm。
- b) 色谱柱:硅胶柱,3.5 μm,4.6 mm×150 mm,或相当者。
- c) 柱温:40℃。
- d) 流动相:乙酸铵溶液(4.2.1)。
- e) 流动相流速:0.60 mL/min。
- f) 进样量:20 μL。

7.4.2 色谱测定

根据样液中抑芽丹含量情况,选定峰面积相近的标准工作溶液,对标准工作溶液和试样溶液等体积参插进样,测定标准工作溶液和样液中抑芽丹的响应值均应在仪器检测的线性范围内。在上述色谱条

件下,抑芽丹保留时间约为 3.10 min。

标准色谱图参见图 A.1。

7.5 空白实验

除不加试样外,均按 7.1~7.4 的规定执行。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中抑芽丹的含量。

$$X = \frac{A_i \times C_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中抑芽丹残留含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i —— 样液中抑芽丹的峰面积;

A_s —— 抑芽丹标准工作溶液的峰面积;

V —— 样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

C_s —— 抑芽丹标准工作液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m —— 最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

计算结果应扣除空白值,测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留 2 位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率),应符合附录 B 的要求。

9.2 在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值(百分率),应符合附录 C 的要求。

10 定量限和回收率

10.1 定量限

本方法抑芽丹的定量限为 0.2 mg/kg。

10.2 回收率

当添加水平为 0.2 mg/kg、0.4 mg/kg 和 2 mg/kg 时,抑芽丹在不同基质中的添加回收率参见附录 D。

附 录 A
(资料性附录)
抑芽丹标准品谱图

抑芽丹标准品色谱图见图 A.1。

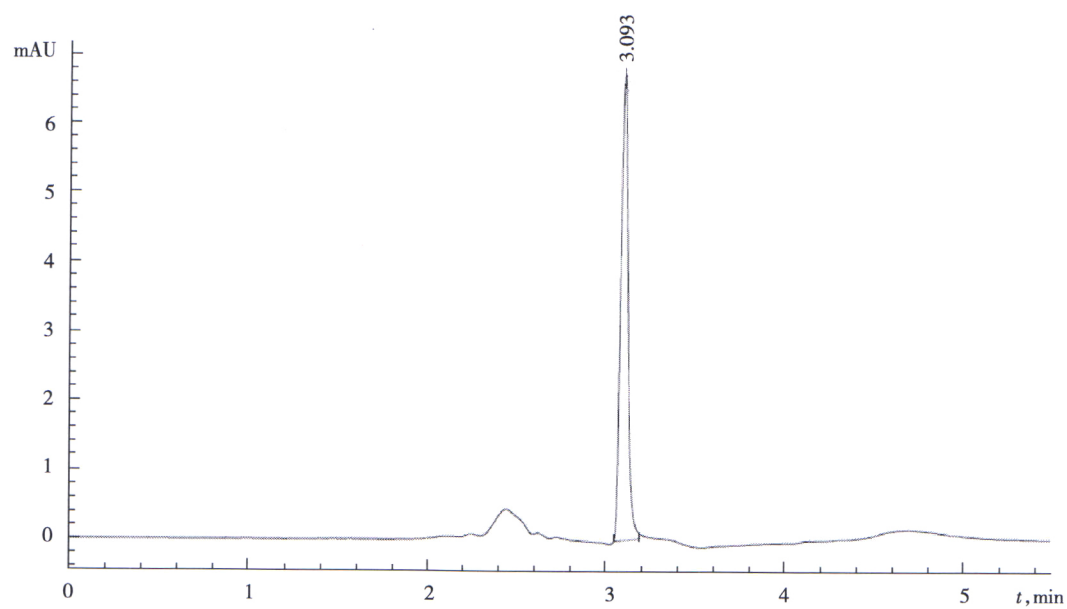


图 A.1 抑芽丹标准品色谱图(1.5 mg/L)

附 录 B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

实验室内重复性要求见表 B.1。

表 B.1 实验室内重复性要求

被测组分含量(C) mg/kg	精密度 %
$C \leq 0.001$	36
$0.001 < C \leq 0.01$	32
$0.01 < C \leq 0.1$	22
$0.1 < C \leq 1$	18
$C > 1$	14

附 录 C
(规范性附录)
实验室间再现性要求

实验室间再现性要求见表 C.1。

表 C.1 实验室间再现性要求

被测组分含量(C) mg/kg	精密度 %
$C \leq 0.001$	54
$0.001 < C \leq 0.01$	46
$0.01 < C \leq 0.1$	34
$0.1 < C \leq 1$	25
$C > 1$	19

附 录 D
(资料性附录)
样品的添加浓度及回收率

样品的添加浓度及回收率见表 D.1。

表 D.1 样品的添加浓度及回收率

样品名称	添加浓度,mg/kg	回收率,%
核桃	0.2	82.5~95.5
	0.4	81.2~94.8
	2.0	90.2~100.2
蜂蜜核桃	0.2	83.5~96.5
	0.4	80.2~101.2
	2.0	91.0~104.9
板栗	0.2	80.5~94.0
	0.4	83.4~97.8
	2.0	90.2~100.6
糖炒板栗	0.2	81.5~99.5
	0.4	84.2~97.8
	2.0	90.2~102.6

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
坚 果 及 坚 果 制 品 中 抑 芽 丹 残 留 量 的 测 定
液 相 色 谱 法

GB 23200.22—2016

* * *

中 国 农 业 出 版 社 出 版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

北 京 印 刷 一 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 销

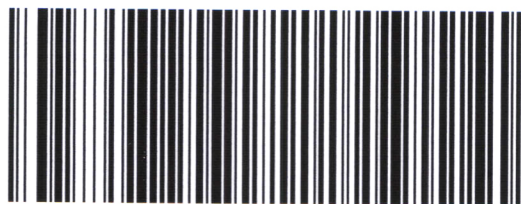
* * *

开 本 880mm×1230mm 1/16 印 张 0.75 字 数 15 千 字

2017 年 6 月 第 1 版 2017 年 6 月 北 京 第 1 次 印 刷

书 号: 16109·4111

定 价: 18.00 元



GB 23200.22—2016

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话: (010) 65005894